

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

EP 00/9230



EJU

10-088849

EPO - Munich
30

23. Okt. 2000	
REG'D 09 NOV 2000	
WIPO	PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 199 45 335.7

Anmeldetag: 22. September 1999

Anmelder/Inhaber: Treibacher Schleifmittel GmbH,
Laufenburg/DE

Bezeichnung: Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkörner,
Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre
Verwendung

IPC: C 09 K 3/14

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 12. Oktober 2000
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Faust

kou039

Treibacher Schleifmittel GmbH
Ferroweg 1

D - 79725 Laufenburg

- Patentanmeldung -

Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkörner, Verfahren zu ihrer
Herstellung sowie ihre Verwendung

Beschreibung

5 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörner, Verfahren zu
ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft gesinterte
 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörner nach dem Ober-
begriff des Anspruchs 11, ein Verfahren zu ihrer
Herstellung nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1
sowie ihre Verwendung als Schleifmittel.

15 Schleifkörner auf Al_2O_3 -Basis werden aufgrund ihrer
hohen Härte, chemischen Inertheit und hohen Tempe-
raturbeständigkeit industriell in großen Mengen zu
Schleifmitteln verarbeitet. Neben dem Schmelzkor-
und, der relativ kostengünstig im elektrischen
Lichtbogenofen hergestellt werden kann, werden in
der neueren Zeit für bestimmte Einsatzgebiete ver-
stärkt Sinterkorunde eingesetzt, die über einen ke-
ramischen bzw. chemischen Weg gewonnen werden. Der
schleiftechnische Vorteil der Sinterkorunde ist be-
25 dingt durch ihren mikrokristallinen Aufbau, der
wiederum zu einem besonderen Verschleißmechanismus
des Schleifkorns beim Schleifprozeß führt. Vor al-
lem bei Anwendungen, die hohe Anpreßdrücke erfor-
dern, wie z. B. die Bearbeitung von Spezialstählen,
gehärteten Stählen oder schwer zerspanbaren Legie-
30 rungen, können die Abtragsleistungen mit dem Ein-
satz von Sinterkorunden deutlich gesteigert werden.

Das mikrokristallin aufgebaute Sinterkorund-Korn ist für diese Anwendungen wesentlich verschleißfester als der makrokristallin aufgebaute Schmelzkorund. Hinzu kommt, dass beim Schleifen mit mikrokristallinen Korunden kleinere Bereiche aus dem Korn herausbrechen, wodurch neue Schneidkanten gebildet werden, die wiederum in den Schleifprozeß eingreifen. Eine solche Selbstschärfung des Korns findet bei den makrokristallinen Schmelzkorunden nicht statt, da hier die Risse, die beim Schleifprozeß durch die mechanische Beanspruchung des Korns entstehen, nicht mehr abgelenkt werden können, sondern sich entlang der Kristallebenen durch das gesamte Korn fortsetzen und damit zu einer Zerstörung des Schleifkornes führen.

Beim Einsatz von mikrokristallinen Sinterschleifkörnern ist bei vielen Anwendungen der Trend festzustellen, daß sich das Schleifkorn bei vergleichbarer Härte und Dichte umso günstiger im Schleifprozeß verhält, je feiner das Gefüge ausgebildet ist. Besonders feine Gefüge können über Sol-Gel-Verfahren erhalten werden, bei dem z.B. als Ausgangsstoff feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Typ Boehmit eingesetzt wird, das - nachdem es kolloidal gelöst wurde - zum Gel verarbeitet wird, welches dann über einen Trocknungs-, Kalzinations- und Sinterschritt zu einem kompakten und dichten α -

Al_2O_3 -Sinterkörper weiterverarbeitet wird. Anschließend erfolgt die Aufbereitung zum Schleifkorn. Der Vorteil des Sol-Gel-Verfahrens zur Herstellung von mikrokristallin aufgebauten Korunden besteht darin, daß sehr feinteilige und reaktive Ausgangsstoffe eingesetzt und die entstehenden Grünkörper bei relativ tiefen Sintertemperaturen

verdichtet werden können, was die Ausbildung eines feinen Gefüges begünstigt.

5 In der EP-B-0 152 768 werden mikrokristalline Korunde beschrieben, die über die Sol-Gel-Technik unter Zusatz von arteigenen Kristallisationskeimen bei Sintertemperaturen von ca. 1400 °C hergestellt werden und deren Primärkristallite einen Durchmesser von überwiegend bzw. vollständig kleiner 1 µm aufweisen.

10 Aufgrund der tiefen Sintertemperaturen und durch den Zusatz von Kristallisationskeimen kann das Kristallwachstum während des Sinterprozesses stark eingeschränkt werden. Noch feinere Gefüge bei
15 gleichzeitig hoher Dichte und Härte werden in der EP-B-0 408 771 beschrieben. Nach der EP-B-0 408 771 werden Korundschleifkörner mit einer mittleren Kristallitgröße < 0,2 µm ebenfalls über die Sol-Gel-
20 Technik unter Zusatz von besonders feinteiligen Kristallisationskeimen und unter Einhaltung eines speziellen Temperatur- und Sinterprogramms gewonnen, bei dem der Temperaturbereich zwischen 900 und 1100 °C in weniger als 90 Sekunden durchlaufen, das
25 Material dann nur kurzzeitig auf eine Maximaltemperatur, die 1300 °C nicht überschreiten sollte, ge-

bracht und anschließend unterhalb dieser Maximaltemperatur im Bereich zwischen 1000 und 1300 °C dicht gesintert wird. Das Temperaturprogramm ist so
30 gewählt, dass eine hohe Verdichtung ermöglicht wird, ohne dass der entstehende Sinterkörper bzw. dessen Vorstufe zu lange Temperaturen ausgesetzt ist, die ein Kristallwachstum begünstigen würden.

Will man ein möglichst feinkristallines Gefüge erhalten, so bietet sich neben dem Einsatz von Kristallisationskeimen auch die Verwendung von Sinteradditiven an, die das Kristallwachstum behindern oder den Sintervorgang beschleunigen, und damit indirekt die Ausbildung größerer Kristalle einschränken. Der Einfluß einzelner Additive für den Sinterprozeß und das Kristallwachstum beim Sintern von Al_2O_3 ist im „Journal of the American Ceramic Society Vol. 39, No. 10, 1956“ zusammengefaßt. Von den zahlreichen Patenten, die den Einsatz von Sinteradditiven oder auch Kombinationen von Sinteradditiven mit Kristallisationskeimen für die Herstellung von Schleifkörnern über den Sol-Gel-Weg beschreiben, werden im folgenden nur einige Beispiele genannt. Die EP-B-0 024 099 beschreibt den Zusatz von Spinellen bzw. Vorstoffen, die im Laufe des Herstellungsprozesses zu Spinellen umgewandelt werden. Die EP-B-0 200 487 beschreibt den Einsatz von $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Kristallisationskeimen in Kombination mit mindestens einer modifizierenden Komponente aus der Gruppe der Oxide des Magnesiums, Zinks, Kobalts, Nickels, Zirkons, Hafniums, Chroms und/oder Titans. Die EP-B-0 373 765 beschreibt - ebenfalls in Kombination mit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Keimen - Yttrium- und Neodym-Verbindungen neben den oben genannten Oxiden als weitere modifizierende Komponenten. Die nach den o.g. Verfahren hergestellten Schleifkörner haben ~~für bestimmte Anwendungen Vorteile gegenüber dem~~ Stand der Technik.

Die Vielfalt der unterschiedlichen Al_2O_3 -Sinterschleifkörner erklärt sich auch daraus, dass das Schleifen selbst ein äußerst vielfältiger Prozeß ist, bei dem sowohl der Werkstoff, der bearbei-

tet wird, als auch die Bearbeitungsbedingungen (Anpreßdruck, Kühlung o.a.) weitgehend variiert werden können. So werden die verschiedensten Werkstoffe (unterschiedliche Stahlsorten, Legierungen und Metalle, Kunststoffe, Holz, Gestein, Keramik u.v.a.m.) je nach Zielsetzung (Oberflächengüte, Materialabtrag o.a.) unter den unterschiedlichsten Bedingungen bearbeitet. Entsprechend unterschiedlich sind die Anforderungen, die an das einzusetzende Schleifkorn gestellt werden, so dass Brauchbarkeit und Leistungsfähigkeit eines Schleifkorns für einen bestimmten Schleifprozeß nicht allein durch Größen wie Härte, Dichte und Kristallitgefüge charakterisiert werden können. Weitere Kriterien, wie chemische Inertheit, Wärmeleitfähigkeit, Oxidations- und Temperatur-beständigkeit, Zähigkeit u.a., spielen je nach Anwendung ebenfalls eine große Rolle.

Weitere Variable beim Schleifprozeß sind die Bindung und die Spezifikation des Schleifmittels, das darüber hinaus durch die Zugabe von Zusatzstoffen (Schleifhilfsmittel, Porenbildner u.a.) weiter variiert werden kann.

So wurde auch bei den Schleifkörnern, die über den Sol-Gel-Weg hergestellt werden, in der Vergangenheit versucht, die Leistungsfähigkeit nicht nur über die Feinheit des Kristallitgefüges zu steigern, sondern auch über Dotierungen spezielle günstige Eigenschaften für bestimmte Anwendungen zu erhalten. Die EP-A-0 228 856 beschreibt den Zusatz von Yttrium, das - z. B. in Form eines Yttrium-Salzes mit einem leicht flüchtigen Anion (Nitrat,

Acetat, u.a.) - im Sol-Gel-Prozess der α -
Aluminiummonohydrat-Dispersion zugegeben wird und
beim Sintern mit dem Aluminiumoxid zum Yttrium-
Aluminium-Granat ($3Y_2O_3-5Al_2O_3$) reagiert. Besondere
5 Vorteile hat dieses Material bei der Bearbeitung
von Rostfrei Stahl, Titan, Nickel-Legierungen,
Aluminium und anderen schwer zerspanbaren Legierun-
gen, aber auch bei einfachem Baustahl. Offensicht-
lich verleihen die Einlagerungen von Granat-
10 Kristallen dem Schleifkorn für diese Anwendungen
eine besondere Verschleißfestigkeit, die sich dann
in einer hohen Abtragsleistung widerspiegelt. Zu-
sätzlich zum Y_2O_3 bzw. seinen Vorstoffen wird die
Zugabe von Kristallisationskeimen und/oder anderen
15 Sinteradditiven beschrieben. In der EP-B-0 293 164
werden darüber hinaus der Zusatz von Seltenen Erden
aus der Gruppe Präseodym, Samarium, Ytterbium, Neo-
dym, Lanthan, Gadolinium, Cer, Dysprosium, Erbium
und/oder Kombinationen von mehreren aus dieser
20 Gruppe beschrieben. Die Seltenen Erden bilden dabei
mit Al_2O_3 hexagonale Aluminate, die als Einlagerun-
gen in der Al_2O_3 -Matrix offensichtlich die Ver-
schleißfestigkeit des Schleifkorns zusätzlich erhö-
hen. Die EP-B-0 368 837 beschreibt Schleifkörner,
deren Zähigkeit durch die Ausbildung von whis-
kerähnlichen Kristallen, die durch die Zugabe von
Cer-Verbindungen erhalten werden, erhöht wird. Auch
hier wird die erhöhte Zähigkeit durch eine Verstär-
kung der Struktur erreicht. Ebenfalls über das Sol-
30 Gel-Verfahren werden Komposite erhalten, die in der
DE -A-196 07 709 beschrieben sind und sich von den
vorgenannten Verbindungen dadurch unterscheiden,
dass neben der Al_2O_3 -Matrix mindestens zwei zusätz-
liche diskontinuierliche Gefügebestandteile vorlie-
35 gen, die sich voneinander in der mittleren Parti-
kelgröße um wenigstens den Faktor 10 unterscheiden.
In der EP-B-0 4 91 184 werden Komposite auf Basis

von Al_2O_3 beschrieben, die Einlagerungen von isometrischen Hartstoffen aufweisen, die mindestens um den Faktor 10 größer sind als die Primärkristalle aus der die Matrix aufgebaut ist.

5

Alle vorgenannten Verfahren und Stoffe basieren auf der Sol-Gel-Technologie, mit der es - bei gleichzeitigem Einsatz von Sinteradditiven - gelingt, ein sehr feines, bevorzugt submikrones, Kristallitgefüge zu verwirklichen. Hinzu kommt, dass die Schleifkörner häufig durch zusätzliche Dotierungen für bestimmte Einsatzgebiete maßgeschneidert und optimiert werden.

10

15

Allgemein lassen sich die Schleifmittel bzw. Schleifkörner vereinfacht in zwei große Gruppen einteilen. Korund gehört neben SiC zu den sogenannten konventionellen Schleifmitteln, die schon relativ lange bekannt sind und kostengünstig in großen Mengen hergestellt und eingesetzt werden. Daneben findet man in der neueren Zeit immer häufiger die sogenannten Superabrasives, wie Diamant und kubisches Bornitrid, deren Herstellungskosten zwar beim eintausend- bis zehntausendfachen im Vergleich zu den Herstellungskosten für konventionelle Schleifkörner liegen, die aber aufgrund ihrer Leistungs-

20

25

stärke, der damit verbundenen reduzierten Maschinenstillstandszeiten und des geringen Verbrauchs an Schleifmittel selber bzw. der Erhöhung der Stückzahlen pro Zeiteinheit und Schleifkörper für viele Schleifoperationen ein äußerst günstiges Preis/Leistungs-Verhältnis bieten.

30

Der Einsatz von Superabrasives erfordert allerdings auch spezielle maschinelle Ausrüstungen, was ent-

sprechende Investitionen voraussetzt, wodurch die Anwendungsbreite der Hochleistungsschleifmittel noch eingeschränkt wird.

5 Eine der Hauptzielsetzungen bei der Entwicklung neuer Schleifkörner ist es daher, ein Schleifkorn zu erhalten, das auf konventionellen Maschinen eingesetzt werden kann, aber im Leistungsniveau zwischen den konventionellen Schleifmitteln und den
10 Superabrasives liegt. Dies ist teilweise mit den oben genannten Sol-Gel-Korunden gelungen, die bei vielen Schleifoperationen zu einem sehr günstigen Preis/Leistungs-Verhältnis eingesetzt werden können. Allerdings sind die Sol-Gel-Korunde nicht nur
15 aufgrund der Herstellkosten, sondern auch im Leistungsvermögen eindeutig näher bei den konventionellen Schleifkornsorten einzuordnen und sind daher eher geeignet, die konventionellen Korundsorten bei Schleifoperationen, die den Einsatz von Superabrasives nicht rechtfertigen, zu ersetzen.
20

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, Schleifkörner mit - im Vergleich zum oben genannten Stand der Technik - noch besserem Leistungspotential sowie ein Verfahren zu deren Herstellung zur Verfügung zu stellen. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch die Merkmale des Anspruchs
25 11 bzw. des Anspruchs 1. Die Unteransprüche betreffen vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung. Anspruch 20 betrifft eine zweckmäßige Verwendung der erfindungsgemäßen Schleifkörner.
30

Unter dem Begriff Nanokomposit, der in der Keramik vor ca. 10 Jahren Eingang gefunden hat, versteht man Systeme, die aus mindestens zwei verschiedenen

festen Phasen bestehen, von denen mindestens eine Phase Teilchengrößen im Nanometer-Bereich aufweist.

5 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Komposite, bei denen SiC-Partikel zur Verstärkung in eine Al_2O_3 -Matrix eingebaut werden, sind in der EP-B-0 311 289 beschrieben und z.B. als Strukturkeramik für den Einsatz im Motoren- oder Turbinenbau vorgesehen. Dabei sollte der Durchmesser der SiC-Teilchen, deren Anteil im Komposit zwischen 10 2 und 10 Mol-% ausmacht, unter $0,5\text{ }\mu\text{m}$ liegen, während die Al_2O_3 -Partikel 5 μm nicht überschreiten sollten. Diese Materialien, bei denen die SiC-Partikel in den Al_2O_3 -Partikeln dispergiert sind, zeichnen sich durch eine außerordentlich hohe Biegebruchfestigkeit und Zähigkeit aus und können aufgrund ihrer guten Hochtemperatureigenschaften als 15 Strukturkeramik im Motorenbau eingesetzt werden.

20 Ähnliche $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposite, die sich durch ihre guten Hochtemperatureigenschaften und ihre Oxidationsbeständigkeit von den bekannten whisker-, faser- oder platelet-verstärkten Kompositmaterialien abheben, werden von Niihara im Journal of the Ceramic Society of Japan 99 [10] 974 - 982 (1991) 25 beschrieben. Der Einfluß von feinteiligen SiC-Partikeln auf das Kornwachstum und das Sinterverhalten der Al_2O_3 -Matrix wird von Stearns, Zhao und Harmer im Journal of the European Ceramic Society 10 (1992) 473 - 477 beschrieben. Die mechanischen 30 Eigenschaften von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokompositen werden von Zhao, Stearns, Harmer, Chan, Miller und Cook im Journal of the American Ceramic Society 76 [2] 503 - 510 1993) untersucht. Nanokomposite, die über den Sol-Gel-Weg hergestellt werden, beschreiben die Au-

toren Xu, Nakahira und Niihara im Journal of the Ceramic Society of Japan, 1994, 102, 312 - 315.

Während die oben zitierten Literaturstellen sich
5 meist auf Komposite mit SiC-Anteilen > 2 Mol-% be-
ziehen, werden die mechanischen Eigenschaften von
heißgepressten Al₂O₃/SiC-Kompositen mit geringen
Anteilen an SiC in einem Artikel der Autoren Wil-
helm und Wruss in der cfi/Ber. DGK 75, 40 - 44
10 (1998) aufgeführt. Neben den oben zitierten Litera-
turstellen sind Al₂O₃/SiC-Nanokomposite in zahlrei-
chen weiteren Veröffentlichungen beschrieben, die
weitgehend in einer Übersicht von Sternizke im
Journal of the European Ceramic Society 17 (1997)
15 1061 - 1082 zusammengefaßt sind. In dem Artikel
wird auch die Vermutung geäußert, dass Al₂O₃/SiC-
Nanokomposite als Schleifkörner die Lücke zwischen
den konventionellen Schleifmitteln und den Superab-
rasives schließen könnten. Im Gegensatz zu dieser
20 Mutmaßung beziehen sich jedoch fast alle in dem Ar-
tikel erwähnten Veröffentlichungen und die daraus
zitierten Stoffeigenschaften ausdrücklich auf den
Einsatz als Strukturkeramik. So werden die Mi-
krostrukturen, thermodynamische Stabilität, Dichte,
Härte, Bruchfestigkeit, Bruchzähigkeit, das Ver-
schleißverhalten und die Kriechgeschwindigkeit er-
wähnt. Alle diese Größen spielen sicherlich auch
~~für den Schleifprozeß eine wichtige Rolle, ohne je-~~
25 doch alleine für sich eine gültige Aussage über die
Brauchbarkeit eines Stoffes als Schleifkorn zu er-
lauben. So ist z. B. eine hohe Härte sicherlich ei-
ne Grundvoraussetzung für die Verwendung eines
Stoffes als Schleifkorn. Wie jedoch das in Fach-
kreisen häufig zitierte Beispiel B₄C zeigt, das als
35 Schleifkorn trotz seiner hohen Härte, wegen seiner

mangelhaften chemischen und thermischen Beständigkeit und seiner hohen Sprödigkeit nie eine nennenswerte Anwendung als Schleifmittel gefunden hat, muß eine Summe von Eigenschaften betrachtet werden, um die Eignung als Schleifmittel zu erkennen. Weitere Hartstoffe, die im Härtewert zwischen den konventionellen Schleifmitteln und den Superabrasives rangieren, haben sich als Schleifkorn ebenfalls nicht durchsetzen können, weil ihnen zusätzliche Eigenschaften wie Zähigkeit, thermische und chemische Stabilität oder andere für den Schleifprozeß wichtige Voraussetzungen fehlen. So konnten auch die in der Literatur beschriebenen Nanokompositmaterialien, die zwar bestimmte, für den Schleifprozeß erforderliche Eigenschaften aufweisen, als Schleifkorn bisher nicht erfolgreich eingesetzt werden. Sie verhalten sich vielmehr ähnlich wie die Schneidkeramiken auf Al_2O_3 -Basis, die z.B. zum Fräsen oder Drehen mit großem Erfolg eingesetzt werden, aber - zur Körnung verarbeitet - beim Schleifen nur eine unbefriedigende Abtragsleistung zeigen, die auf dem Niveau der konventionellen Schmelzkorunde oder sogar darunter liegt.

Es stellt sich nun in der Praxis als äußerst schwierig heraus, die Einsetzbarkeit bzw. das zu erwartende Schleifverhalten eines Schleifkorns ~~allein aufgrund bestimmter Stoffeigenschaften, von~~ denen man weiß, dass sie sich - jeweils für sich betrachtet - günstig auf das Schleifverhalten auswirken, zu charakterisieren. Theorien zu den Mechanismen, die beim Materialabtrag durch ein Schleifwerkzeug tatsächlich ablaufen, konnten bisher nur nach dem Prozeß selber anhand des bearbeiteten Werkstückes und aufgrund der Veränderungen am Schleifwerkzeug entwickelt werden. Einfluß auf das

Schleifverhalten hat neben sämtlichen Stoffeigenschaften des Schleifkorns natürlich die Beschaffenheit des Schleifwerkzeugs (Bindung, Porosität, Zusatzstoffe u.a.) und das Werkstück selber, so dass es oftmals selbst im nachhinein schwierig ist, bestimmte Schleifresultate mit bestimmten Stoffeigenschaften des Schleifkorns in Korrelation zu setzen. Eine endgültige Aussage erhält man erst durch anwendungstechnische Tests von Schleifmitteln oder sogar erst durch Praxis- und Feldtests, die mit erheblichem finanziellen und zeitlichem Aufwand verbunden sind.

Es ist daher erstrebenswert, eine unabhängige Meßmethode und -größe zu finden, die eine direkte Aussage über die Brauchbarkeit eines Stoffes als Schleifkorn zuläßt. In der Praxis hat sich in den letzten Jahren immer mehr der sogenannte Einzelkorntest (Abb. 1: Einzelkornritztest) durchgesetzt, bei dem ein einzelnes Schleifkorn unter möglichst realistischen, dem Schleifprozeß nachempfundenen, Bedingungen untersucht wird. Die Testeinrichtung ist eine umgerüstete Flachsleifmaschine, bei der auf der Schleifspindel anstelle der Schleifscheibe eine Ritzscheibe montiert ist. Die Ritzscheibe, die aus praktischen Gründen aus einem relativ leichten und leicht zu bearbeitenden Werkstoff (z.B. Aluminium) gefertigt ist, besitzt auf dem Umfang eine

Halterung, in die ein Träger mit einem aufgelöteten Schleifkorn eingesetzt wird. Beim Ritzen selber fährt der Maschinentisch mit dem darauf aufgespannten Werkstück in x-Richtung gegen die Drehrichtung unter der rotierenden Ritzscheibe hindurch. Aufgrund einer vorgegebenen Zustellung in y-Richtung generiert das Schleifkorn, das über den Umfang der Scheibe herausragt, mit jeder Umdrehung

eine Ritzspur im Werkstück. Mit zunehmender Ritzlänge bzw. Ritzzeit verringert sich wegen des Kornverschleißes die Ritztiefe und der Ritzquerschnitt, bis die Kornspitze um den Zustellungsbetrag in y-Richtung verschlissen ist und keine Spur mehr hinterläßt. Die Ritzspuren können mit einem Oberflächenmeßgerät abgetastet und anschließend ausgewertet werden. Das Meßprinzip ist in den Abbildungen 1 und 2 wiedergegeben und wird im folgenden anhand der Bezugswahlen erläutert.

Die Abbildung 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Prüfstandes mit der Ritzscheibe (1) und dem Ritzkorn (2), den verfahrbaren Achsen (3, 4, 5) in x-, y- und z-Richtung, dem Werkstück (6), dem Maschinentisch (7) und dem Schleifspindelstock (8). Zur Messung selber müssen Standardbedingungen für die Schnittgeschwindigkeit v_c , die Werkstückgeschwindigkeit v_w und die Zustellung a_e , die nach Möglichkeit der Schleifoperation angepaßt sind, für die man das Schleifkorn später einsetzen will, definiert werden. Zusätzlich müssen Werkstückstoff und der Einsatz von Kühlschmierstoff (9) festgelegt werden.

Das Auswertungsprinzip ist anhand der beispielhaft aufgeführten Kurven für verschiedenen Schleifkornsorten (Abb. 2) zu erkennen, bei dem die Änderung des Ritzquerschnittes A_{Rn}/A_{R0} gegen die Ritzlänge I_R aufgetragen ist. Dabei ist A_{R0} der Ritzquerschnitt beim ersten Eingriff und A_{Rn} der Ritzquerschnitt nach n mm Ritzlänge.

Der Leistungsfaktor LF_{25} für das Einzelkorn ergibt sich aus dem Schnittpunkt der charakteristischen Kurve für die einzelne Kornsorte mit der Ordinate nach 25 mm Ritzlänge und entspricht der Änderung des Ritzquerschnittes A_{R0}/A_{R25} . Ausgedrückt wird der Leistungsfaktor in %, bezogen auf den theoretischen Fall, dass kein Verschleiß des Kornes stattfindet und $A_{R25} = A_{R0}$ ist. Die Auswertung nach 25 mm Ritzlänge wurde deshalb gewählt, weil bei dem typischen Kurvenverlauf der entscheidende erste, steile Bereich der Kurve, bei dem das Korn am stärksten belastet wird, abgeschlossen ist. Dieser Bereich, der auch in Bezug auf die Zustellung a_e dem tatsächlichen Schleifprozeß relativ nahekommt, erlaubt eine sehr gute Aussage über die Leistungsfähigkeit eines Schleifkorns. Im weiteren Verlauf flachen die Kurven ab, da die Körner aufgrund der sich verringern-
den Zustellung nun weniger stark beansprucht werden und auch weniger schnell verschleifen. Um ein repräsentatives Ergebnis für eine Schleifkörnung zu erhalten, sollten mindestens 20 Körner einer Kornsorte vermessen und die Verschleißkurve aus den Mittelwerten der einzelnen Meßpunkte gebildet werden.

Der Einkornritztest erlaubt somit - in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen in der Praxis - eine Bewertung der Tauglichkeit eines Schleifkorns,

bei der sämtliche für den Schleifprozeß relevanten Größen wie Härte, Zähigkeit, Dichte, Festigkeit, Kriechgeschwindigkeit, thermische und chemische Beständigkeit, Kristallitgefüge u.a. indirekt in Summe einfließen, ohne dass dabei bestimmte Eigenschaften bzw. bestimmte Eigenschaftskombinationen explizit bekannt sein oder erkannt und entsprechend berücksichtigt werden müssen. Für alle Eigenschaf-

ten müssen allerdings gewisse Mindestvoraussetzungen erfüllt werden, damit ein Stoff überhaupt als Schleifkorn in Betracht kommt. So würde sich z.B. ein Material, das in seiner Härte deutlich unter der üblichen Härte für Schleifmitteln liegt, nie zum Schleifen eignen, selbst wenn sämtliche anderen Eigenschaften hervorragend wären.

Überraschenderweise wurden für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposite mit SiC-Anteilen unter 5 Mol-%, die über einen direkten Sol-Gel-Weg unter Zusatz von Kristallisationskeimen hergestellt wurden, nach der oben beschriebenen Methode Leistungsfaktoren gefunden, die deutlich über den bisher bei $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokompositen gefundenen Leistungsfaktoren liegen. Die Leistungswerte der erfindungsgemäßen Nanokomposite liegen auch über den Werten der bekannten reinen oder dotierten Sol-Gel-Korunde und damit im angestrebten Bereich zwischen den konventionellen Schleifkörnern und den Superabrasives.

Im Gegensatz zu den bekannten $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposits, die über die Pulvertechnologie durch Vermischen der Ausgangssubstanzen, anschließendes Verdichten (z.B. durch Heißpressen, druckloses Sintern oder heiß isostatisches Pressen) und Sintern hergestellt werden, verläuft die Herstellung der erfindungsgemäßen Schleifkörner naßchemisch über einen direkten Sol-Gel-Weg unter Einsatz von Kristallisationskeimen. Xu, Nakahira und Niihara beschreiben in ihrem Artikel im Journal of the Ceramic Society of Japan, 1994, 102, 312 - 315 den Einsatz der Sol-Gel-Technologie bei der Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposits. Sie nutzen die Techno-

logie jedoch nur, um eine möglichst homogene Mischung der Nanopulver über eine vorgeschaltete kolloidale Lösung der Teilchen zu erreichen. Anschließend wird das Sol durch Trocknung und Kalzination zu einer homogenen Mischung aus ultrafeinen Al_2O_3 - und SiC-Pulvern weiterverarbeitet, die dann - in Analogie zur konventionellen Pulvertechnologie - unter Stickstoff bei einem Druck von 30 MPa und einer Temperatur von 1600 °C heißgepresst werden.

Durch die Isolierung des Pulvers als Zwischenprodukt und anschließende konventionelle pulvertechnische Weiterverarbeitung gehen bestimmte, für die Herstellung eines Schleifkorns wichtige, Vorteile des Sol-Gel-Verfahrens verloren. Die schleiftechnischen Eigenschaften eines über das o.g. Verfahren hergestellten Komposits entsprechen daher denen der vorher erwähnten Nanokomposits. Hinzu kommen ökonomische Aspekte, da eine kostengünstige großtechnische Massenproduktion von Schleifkörnern über ein Heißpressverfahren nicht zu realisieren ist.

Beim erfindungsgemäßen direkten Sol-Gel-Verfahren zur Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposits dagegen wird zunächst auf die übliche Weise ein Al_2O_3 -Sol hergestellt. Als Feststoffkomponente für das aluminiumoxidhaltige Sol kommen dabei vorteilhaft

feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Boehmit-Typ, Aluminiumalkoxide, Aluminiumhalogenide und/oder Aluminiumnitrat in Frage, die mit Hilfe eines Dispergators, eines starken Rührers oder unter Einsatz von Ultraschall dispergiert werden. Der Feststoffgehalt der Suspension liegt vorzugsweise zwischen 5 und 60 Gew.-%. Zu dieser Suspension wird

dann, ebenfalls vorzugsweise in Form einer Suspension, um eine möglichst homogene Verteilung zu erreichen, zwischen 0,1 und < 5 Mol-%, bevorzugt im Bereich 0,3 und 2,5 Mol-%, bezogen auf den Aluminiumgehalt der Mischung, gerechnet als Al_2O_3 ,
5 nanoskaliges SiC zugegeben. Es ist natürlich auch möglich, SiC als Feststoff in die vorgegebene Suspension einzurühren. Wie die Beispiele in Tabelle 3 zeigen, werden besonders gute Ergebnisse mit vergleichsweise geringen Mengen an SiC erzielt. Als
10 SiC-Basis kommen feinstvermahlenes SiC-Pulver, das über den Acheson-Prozess gewonnen wurde, oder auch Nanopulver, die in der Gasphase durch thermische oder lasergestützte Gasphasenreaktionen oder verschiedene Plasmaverfahren hergestellt werden, in
15 Frage.

Um den späteren Sinterprozess günstig zu beeinflussen, können vorteilhaft vor dem Gelieren zusätzlich
20 Sinteradditive in Form von Kristallisationskeimen Kristallwachstumsinhibitoren und/oder anderen modifizierenden Komponenten zugesetzt werden. Dafür kommen insbesondere alle bekannten Sinteradditive für Al_2O_3 in Frage, z.B. die spinellbildenden Oxide des Co, Mg, Ni, und Zn, die Oxide des Ce, Cu, B, Ba, Hf, K, Li, Nb, Si, Sr, Ti, Y, Zr oder der Seltenen Erden bzw. deren Vorläufer und die Oxide mit einer korundähnlichen Struktur wie Fe_2O_3 , Cr_2O_3 ,

Al_2O_3 o.a., die als Kristallisationskeime wirken.

30 Um bestimmte Eigenschaften des Schleifkorns zu erreichen, können natürlich auch Kombinationen daraus eingesetzt werden.

Bevorzugt wird das Al_2O_3 -Sol vor der SiC-Zugabe mit einer wässrigen Suspension von feinstvermahlenem α - Al_2O_3 versetzt. Die maximale Partikelgröße der α - Al_2O_3 -Teilchen, die als Kristallisationskeime dienen, liegt unter $1\text{ }\mu\text{m}$, vorzugsweise unter $0,2\text{ }\mu\text{m}$. Die Menge des einzusetzenden Keimmaterials hängt von der Partikelgröße ab und liegt zwischen 0,5 und 10 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Al_2O_3 im Endprodukt. Da es neben der Feinheit auf die Anzahl der Keime ankommt, reichen bei sehr großer Feinheit schon geringe Gewichtsmengen an Keimen aus, um den Sinterprozeß zu fördern.

Die fertige Suspension wird anschließend zum Sieden erhitzt und vorteilhaft unter Säurezugabe geliert. Auch hier ist es wieder möglich, alternativ jede andere bekannte Art der Gelierung (Alterung, Elektrolytzugabe, Temperaturerhöhung, Einengen der Suspension o.a.) anzuwenden. Die Trocknung des Gels wird (nach dem Abkühlen) in einem Temperaturbereich zwischen $50\text{ }^\circ\text{C}$ und $120\text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt. Anschließend erfolgt in einem Temperaturbereich zwischen $500\text{ }^\circ\text{C}$ und $800\text{ }^\circ\text{C}$ eine Kalzination, um das restliche Wasser und die Säure zu verdampfen. Nach der Kalzination liegen die Komposite als Grünkörper mit Durchmessern bis zu mehreren Millimetern vor, die dann gesintert werden. Die Vorteile der direkten

Verdichtung liegen in der besonders hohen Sinteraktivität der getrockneten und kalzinierten Grünkörper, in denen die Ausgangsstoffe bereits chemisch miteinander verbunden sind und somit die Verdichtung und Verfestigung zum fertigen Komposit wesentlich effektiver und günstiger verläuft.

Durch den zusätzlichen Einsatz von Sinteradditiven bzw. Kristallisationskeimen kann der Prozeß und damit die Produktqualität weiter verbessert werden. Die Sinterung des kalzinierten Gels erfolgt bevorzugt bei Temperaturen zwischen 1300 °C und 1600 °C, vorzugsweise unter Inertbedingungen (z.B. Stickstoffatmosphäre) und besonders vorteilhaft in einem gasdichten Drehrohrofen, um eine möglichst schnelle Aufheizung des Produktes und eine kurze Sinterzeit zu verwirklichen, was sich besonders günstig auf die Struktur und damit auf die Leistungsfähigkeit des Schleifkorns auswirkt. Alternativ kann jeder andere bekannte Ofentyp eingesetzt werden, der schnelle Aufheizraten und hohe Temperaturen zuläßt. Da die Sinterung sehr rasch erfolgt, ist selbst eine Verarbeitung unter Vakuum oder in oxidierender Atmosphäre möglich, da der größte Teil der SiC-Nanoteilchen in der Matrix eingelagert und somit vor einer Oxidation geschützt ist.

Die Zerkleinerung zur gewünschten Körnung kann vor oder nach der Sinterung mit den üblichen Zerkleinerungsaggregaten erfolgen. Vorteilhaft ist eine Aufbereitung des kalzinierten Gels im Grünzustand, da nach der Sinterung wesentlich mehr Energie zur Zerkleinerung des dann dichten und harten Kompositmaterials aufgewendet werden muß.

Bei der Sinterung wirkt das nanoskalige SiC als Kristallwachstumsinhibitor für die Al₂O₃-Matrix, verzögert aber gleichzeitig die Verdichtung des Grünkörpers, so dass vergleichsweise - zu einem Sol-Gel-Material auf reiner Aluminiumoxidbasis - hohe Sintertemperaturen eingesetzt werden müssen,

um eine genügende Verdichtung des Materials zu erreichen, wobei es dann zu einem nicht unerheblichen Kristallwachstum kommen kann. So treten bereits bei ca. 1400 °C verstärkt große Kristallite auf. Dieses Phänomen wird schon im US-Patent 4,623,364 beschrieben. Dort führt man das unerwünschte Auftreten von groben Kristallen in einer ansonsten feinen Matrix auf Verunreinigungen zurück. Angestrebt wird dort eine feinkristalline Matrix mit möglichst wenig groben Anteilen, wie sie auch in den eingangs zitierten Patenten offenbart wird und dem Stand der Technik entspricht.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass die Schleifleistung des erfindungsgemäßen Nanokomposit-Schleifkorns dann besonders hoch ist, wenn ein bestimmter Anteil an groben Kristallen mit Längen bis zu 20 µm und einem mittleren Durchmesser > 2 µm, bevorzugt > 5 µm, in der Matrix vorhanden ist. Die Abtragsleistung liegt deutlich über den feinstrukturierten reinen Sol-Gel-Al₂O₃-Schleifkörnern, deren mittlere Kristallitgröße üblicherweise 0,2 - 0,3 µm beträgt und bei dem sämtliche Kristalle im Submikronbereich, bevorzugt im Bereich unter 0,4 µm, vorliegen. Dies ist um so überraschender, da in Fachkreisen allgemein bekannt ist, dass sich die Schleifleistung von Sinterkorunden mit feiner werdender Struktur - besonders im d₅₀-Bereich unter 0,5 µm - drastisch erhöht.

Wie die Beispiele 1 - 6 und die Vergleichsbeispiele 7 - 11, die den Einfluß der Sinterbedingungen auf die Struktur und die Leistungsstärke von Sinterkorunden beschreiben, zeigen, weist die Leistungskurve der Al₂O₃/SiC-Nanokomposits einen nicht linearen

Verlauf mit einem Maximum bei einer Sintertemperatur zwischen 1400 °C - 1450 °C auf. In diesem Temperaturbereich treten bei einer Haltezeit von 30 Minuten die ersten grobkristallinen und stengeligen Kristalle in der Matrix auf. Die groben Al_2O_3 -Kristalle weisen bevorzugt eine längliche Form auf mit einem Verhältnis Länge zu Breite zwischen 2:1 und 10:1, besonders bevorzugt zwischen 4:1 und 6:1. Typische Bilder der Matrix mit den grobkristallinen Einlagerungen sind als elektronenmikroskopische Aufnahmen in den Abbildungen 3 und 4 auf Seite 19 wiedergegeben. Unterhalb von 1400 °C tritt eine rein submikrone Struktur auf, wobei sämtliche Teilchen im Bereich $< 1\mu\text{m}$, bevorzugt $< 0,5\mu\text{m}$ vorliegen. Die Leistungsstärke dieser Materialien liegt ebenfalls über der von reinen Sol-Gel-Korunden nach dem Stand der Technik, aber überraschenderweise unter den im o.g. Temperaturbereich gewonnenen Stoffe mit grobkristallinen Einlagerungen. Bei noch höheren Sintertemperaturen, die ein verstärktes Auftreten von groben Kristallen mit sich bringen, fällt die Leistungskurve dann wieder ab.

Jedoch selbst bei Sintertemperaturen von 1500 °C mit hohen Anteilen an groben Kristallen werden noch Schleifleistungen erreicht, die auf dem Niveau der besten reinen Sol-Gel-Korunde liegen. Bei den reinen Sol-Gel-Korunden ist dagegen ein nahezu linearer Verlauf des Leistungspotentials mit der Feinheit der Struktur zu erkennen und erst im Submikronbereich bei einer mittleren Kristallitgröße $d_{50} < 0,4\mu\text{m}$ werden gute Leistungen erzielt.

Offensichtlich bewirken die groben Kristallite bei den Nanokomposits eine Art Gefügeverstärkung, die sich positiv auf das Verschleißverhalten des Korns auswirkt, und kompensieren nicht nur die - aufgrund des Kornwachstums - erwartete Leistungsminderung, sondern verhelfen - in Kombination mit den eingelagerten Nano-SiC-Teilchen - dem Schleifkorn sogar zu einer deutlichen Leistungssteigerung.

Anhand der Beispiele in Tabelle 4 ist zu erkennen, dass sich die Produktverbesserung durch die Einlagerung von SiC-Teilchen nicht nur auf Nano-SiC-Pulver beschränkt, sondern auch mit Körnern, die relativ grobe SiC-Einlagerungen aufweisen, hervorragende Schleifleistungen erzielt werden. Eindeutig ist jedoch der Trend, dass die Schleifleistungen um so besser sind, je feiner die eingesetzten SiC-Pulver sind. Aus kommerziellen Gründen und aus Gründen der Verfügbarkeit wurden bei der Herstellung des erfindungsgemäßen Schleifkorns zunächst ausschließlich die in den Beispielen aufgeführten Pulver eingesetzt, die durch Feinstmahlung von technischem SiC, das über das Acheson-Verfahren gewonnen wurden. Man kann jedoch davon ausgehen, dass sich beim Einsatz noch feinerer Pulver der o.g. Trend weiter fortsetzt.

Die SiC-Teilchen beim erfindungsgemäßen Nanokomposit können sowohl intragranular, in den Al_2O_3 -Matrix-Partikeln, als auch intergranular, an den Korngrenzen zwischen den Al_2O_3 -Partikel, angeordnet sein, wobei zu beobachten ist, dass die kleineren Partikel bevorzugt intragranular einbaut sind. Welchen Einfluß die Art der Einlagerung der SiC-

Teilchen auf die Schleifleistung hat, ist Gegenstand weitergehender Untersuchungen und kann zur Zeit nur spekulativ betrachtet werden.

5 Einige Theorien werden in den bereits zitierten
Veröffentlichungen diskutiert, die sich jedoch wie-
der ausschließlich auf einzelne Eigenschaften von
Kompositmaterialien beziehen und nicht die Auswir-
kung der Summe der Eigenschaften, die für die
10 Schleifleistung entscheidend ist, berücksichtigen.
Allerdings zeigen die Beispiele 14 - 17 eindeutig
den Trend, dass mit abnehmender Partikelgröße der
Einlagerungen die Schleifleistung ansteigt. Woraus
der Schluß gezogen werden kann, dass vor allem in-
15 tragranular eingelagertes SiC für die Verbesserung
der Schleifleistung verantwortlich ist.

Durch die Erfindung wird daher ein Nanokomposit-
Schleifkorn auf Al_2O_3 -Basis mit überwiegend intra-
20 granular eingelagerten SiC-Nanoteilchen geschaffen,
das eine Härte ($\text{HV}_{0,2}$) größer 18 GPa aufweist, des-
sen Dichte über 95 % der theoretischen Dichte liegt
und das einen Leistungsfaktor $\text{LF}_{25}^* > 75\%$ besitzt
(* = gemessen als Mittelwert aus 20 Einzelmessun-
25 gen auf dem Werkstoff 100Cr6 ($\text{HRC} = 62$) mit einer
Schnittgeschwindigkeit von 30 m/s, einer Zustellung

von 20 μm , einer Werkstückgeschwindigkeit von 0,5
mm/s und unter Einsatz einer 3%-igen Emulsion als
Kühlmittel).

30 Im folgenden wird die Erfindung beispielhaft erläu-
tert, ohne dass darin eine Einschränkung zu sehen
ist.

Beispiele 1- 6

Suspension A (Böhmit-Sol)

5 10 kg Pseudoböhmit (Disperal, Fa. Condea) werden unter Einsatz eines Dispergators (Typ Megatron MT 1-90, Fa. Kinematica) in 50 l destilliertem Wasser, dessen pH-Wert durch Zugabe von ca. 300 ml konz. Salpetersäure auf 2,4 eingestellt wurde, dispergiert. Zu der Dispersion werden - ebenfalls unter Einsatz des Dispergators - ca. 300 ml einer 50 %-igen α - Al_2O_3 -haltigen Keim-Slurry mit einer maximalen Partikelgröße $d_{\text{max}} = 0,4 \mu\text{m}$, die durch Naßvermahlung und anschließendes Zentrifugieren eines
15 feinteiligen α - Al_2O_3 -Pulvers (CS400M, Fa. Martinswerk) gewonnen wurde, zugegeben. Im Sol befinden sich nach Zugabe der Keim-Slurry ca. 2 Gew.-% Al_2O_3 -Kristallisationskeime.

Suspension B (SiC-Suspension)

20 1,5 g einer 50-%igen wässrigen Polyäthylenimin Suspension (Fa. Fluka) werden unter starkem Rühren in
~~600 ml destilliertes Wasser gegeben. Anschließend~~
25 werden in die verdünnte Suspension 30 g nanoskaliges SiC (UF 45, Fa. H.C. Starck) eingerührt.

Die Suspension B wird unter Rühren dem Böhmit-Sol (Suspension A) zugegeben und der pH-Wert der Mischung wird mit Hilfe von Salpetersäure auf 1,8
30 eingestellt. Anschließend wird die Mischung unter ständigem Rühren auf 95 °C erhitzt und die Gelie-

rung wird durch tropfenweise Zugabe von weiterer Salpetersäure eingeleitet. Das Gel wird nach dem Abkühlen im Trockenschrank bei 85 °C getrocknet. Das getrocknete Gel wird auf eine Partikelgröße kleiner 5 mm vorzerkleinert und anschließend bei ca. 500 °C kalziniert.

Bei den Beispielen 1 - 6 wurden lediglich die Sintertemperaturen variiert. In der Tabelle 1 sind die gemessenen Härtewerte, Leistungsfaktoren und Kristallitgefüge in Abhängigkeit von den Sinterbedingungen aufgeführt.

10

15

20

Tabelle 1: Beispiele 1 - 6

	Beispiel	Sinterprogramm*	Härte (HV _{0,2})	Kristallitgefüge (d ₅₀)	LF ₂₅ (%)
5	1	1300 / N ₂ / 60 / 30	11,3 GPa	< 0,4 µm	23
	2	1350 / N ₂ / 60 / 30	13,3 GPa	< 0,4 µm	29
	3	1380 / N ₂ / 60 / 30	19,8 GPa	< 0,4 µm	73
10	4	1400 / N ₂ / 60 / 30	22,9 GPa	1 µm	85
	5	1450 / N ₂ / 60 / 30	20,7 GPa	5 - 10 µm	83
15	6	1500 / N ₂ / 60 / 30	20,1 GPa	10 - 20 µm	70

* Sinterprogramm =

Sintertemperatur (°C) / Ofenatmosphäre / Aufheizrate (°C/min) / Haltezeit (min)

Vergleichsbeispiele 7 - 11 (ohne SiC-Einlagerungen)

25 ~~10 kg Pseudoböhmit (Disperal, Fa. Condea) werden~~
unter Einsatz eines Dispergators (Typ Megatron MT
1-90, Fa. Kinematica) in 50 l destilliertem Wasser,
dessen pH-Wert durch Zugabe von ca. 300 ml konz.
Salpetersäure auf 2,4 eingestellt wurde, disper-
giert. Zu der Dispersion werden - ebenfalls unter
Einsatz des Dispergators - ca. 300 ml einer 50 %-
30 igen α-Al₂O₃ -haltigen Keim-Slurry mit einer maxi-

malen Partikelgröße $d_{\max} = 0,4 \mu\text{m}$, die durch Naßvermahlung und anschließendes Zentrifugieren eines feinteiligen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Pulvers (CS400M, Fa. Martinswerk) gewonnen wurde, zugegeben. Im Sol befinden sich nach Zugabe der Keim-Slurry ca. 2 Gew.-% Al_2O_3 -Kristallisationskeime.

Der pH-Wert der Mischung wird mit Hilfe von Salpetersäure auf 1,8 eingestellt. Anschließend wird die Mischung unter ständigem Rühren auf 95°C erhitzt und die Gelierung wird durch tropfenweise Zugabe von weiterer Salpetersäure eingeleitet. Das Gel wird nach dem Abkühlen im Trockenschrank bei 85°C getrocknet. Das getrocknete Gel wird auf eine Partikelgröße kleiner 5 mm vorzerkleinert und anschließend bei ca. 500°C kalziniert.

Auch bei den Vergleichsbeispielen 7 - 11 wurde lediglich die Sintertemperatur variiert. Die Tabelle 2 zeigt die gemessenen Härtewerte, Leistungsfaktoren und Kristallitgefüge in Abhängigkeit von den Sinterbedingungen.

Tabelle 2: Vergleichsbeispiele 7 - 11

	Beispiel	Sinterprogramm*	Härte (HV _{0,2})	Kristallitgefüge (d ₅₀)	LF ₂₅ (%)
5	7	1240 / N ₂ / 60 / 30	19,7 GPa	0,2 - 0,3 µm	75
	8	1300 / N ₂ / 60 / 30	22,4 GPa	1 µm	63
	9	1350 / N ₂ / 60 / 30	23,1 GPa	1 - 5 µm	60
10	10	1400 / N ₂ / 60 / 30	21,6 GPa	3 - 7 µm	49
	11	1450 / N ₂ / 60 / 30	20,6 GPa	5 - 10 µm	40

15

* Sinterprogramm =

Sintertemperatur (°C) / Ofenatmosphäre / Aufheizrate °C/min) / Haltezeit (min)

Beispiel 12

Die Herstellung von Beispiel 12 erfolgte analog zu den Beispielen 1 - 6. Es wurden jedoch 75 g nanoskaliges SiC UF45 eingesetzt.

25

Beispiel 13

Die Herstellung erfolgte analog zu Beispiel 12. Statt 75 g wurden 150 g nanoskaliges SiC UF45 ein-

gesetzt. Die Tabelle 3 zeigt die Leistungsfaktoren in Abhängigkeit von der SiC-Konzentration.

Tabelle 3: Beispiele 4, 12 und 13

5

Beispiel	Sinterprogramm	Härte (HV _{0,2})	SiC-Anteil (Mol-%)	LF ₂₅ (%)
----------	----------------	----------------------------	--------------------	----------------------

4	1400/N ₂ /60/30	22,9 GPa	1,0	85
---	----------------------------	----------	-----	----

12	1400/N ₂ /60/30	22,4 GPa	2,5	59
----	----------------------------	----------	-----	----

13	1400/N ₂ /60/30	23,1 GPa	5,0	37
----	----------------------------	----------	-----	----

Beispiel 14

15

Die Herstellung von Beispiel 14 erfolgte analog zu Beispiel 4. Statt SiC UF45 wurde das etwas gröbere SiC UF25 (Fa. H.C. Starck) eingesetzt. Gesintert wurde bei einer Temperatur von 1400 °C in Stickstoffatmosphäre. Die Aufheizrate betrug 60 °C pro Minute und Haltezeit lag bei 30 Minuten.

Beispiel 15

25

Die Herstellung von Beispiel 15 erfolgte analog zu Beispiel 14. Statt SiC UF25 wurde das gröbere SiC UF15 (Fa. H.C. Starck) eingesetzt.

Vergleichsbeispiel 16

Die Herstellung von Beispiel 16 erfolgte analog zu
Beispiel 15. Statt SiC UF15 wurde ein SiC P1000
(Fa. Elektroschmelzwerk Kempten) eingesetzt.

Vergleichsbeispiel 17

Die Herstellung von Beispiel 17 erfolgte analog zu
Beispiel 16. Statt SiC P1000 wurde ein SiC P600
(Fa. Elektroschmelzwerk Kempten) eingesetzt.

Die Tabelle 4 zeigt den Leistungsfaktor der Nano-
komposits in Abhängigkeit von der Partikelgröße des
eingelagerten SiC's

Tabelle 4: Beispiele 4, 15 - 18

Beispiel	SiC	mittlere Partikelgröße d_{50}	Härte (HV _{0,2})	LF ₂₅ (%)
4	UF45	300 nm	19,7 GPa	85
14	UF25	500 nm	22,4 GPa	82
15	UF15	600 nm	23,1 GPa	77
16	P1000	18 μ m	21,6 GPa	73
17	P600	26 μ m	23,3 GPa	58

Schleiftests

Zusätzlich zum Ritztest wurden einige ausgewählte Beispiele in Schleifbändern einem Schleiftest unterzogen. Die Ergebnisse der Test sind in der Tabelle 5 zusammengefaßt.

Tabelle 5: Schleiftests (Bandschleifen)

Stahlsorte					
Schleifkorn		Turbinenstahl		Titanlegierung	
		Abtrag (g)	Leistung (%)	Abtrag (g)	Leistung (%)
Beispiel 4	1096	145		127	176
Beispiel 5	994	131		109	151
Beispiel 14	1023	135		112	155
Beispiel 15	843	111		85	118
Beispiel 7	781	103		68	94
handelsüblicher Sol-Gel-Korund	757	100		72	100
Schmelzkorund	320	42		23	32

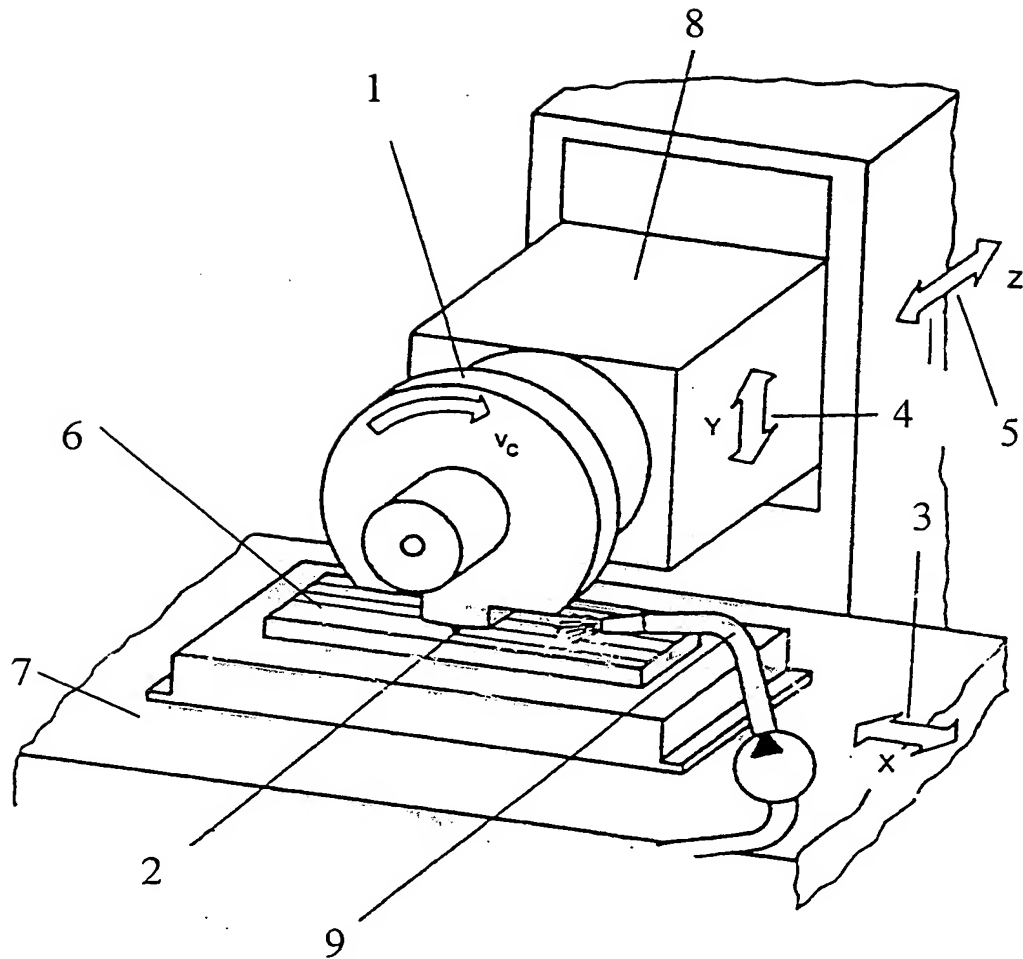
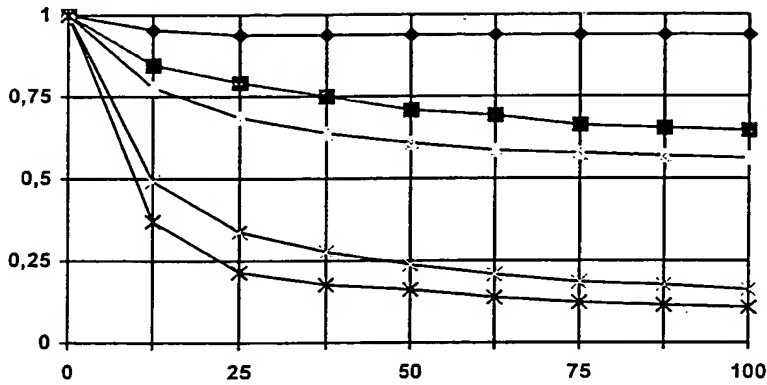
Abbildungen

Abb. 1: Prinzipieller Aufbau des Prüfstandes zum Einkornritzen

bez. Ritzquerschnitt
 A_{Rn}/A_{R0}



Schleifbedingungen:

Werkstoff: 100Cr6
 Schnittgeschwindigkeit v_c : 30 m/s
 Zustellung a_e : 20 μ m
 Werkstückgeschw. v_w : 0,5 mm/s
 Kühlung: 3 % Emulsion

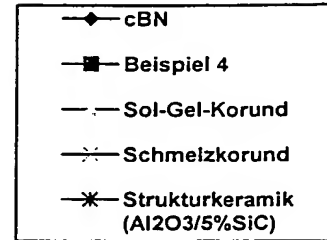


Abb. 2: Verschleißkurven von Al₂O₃/SiC-Nanokomposits im Vergleich zu einigen typischen Schleifkörnungen



Abb. 3: REM-Aufnahme Al₂O₃/SiC-Nanokomposit 10.000-fache Vergrößerung

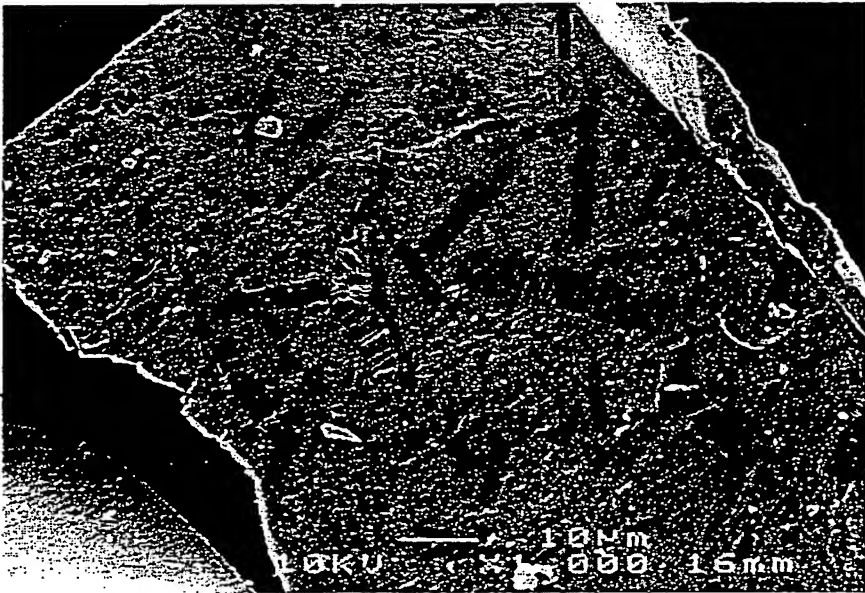


Abb. 4: REM-Aufnahme Al₂O₃/SiC-Nanokomposit 1.000-fache Vergrößerung

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -
Nanokomposit-Schleifkörnern,

dadurch gekennzeichnet, dass
ein aluminiumoxidhaltiges Sol mit SiC-Nanopartikeln
versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalzi-
niert und gesintert wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, dass
das aluminiumoxidhaltige Sol als Feststoffkomponen-
te feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Typ
des Boehmits, Aluminiumalkoxide, Aluminiumhalogeni-
de und/oder Aluminiumnitrat enthält.

3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, dass
der Zusatz der SiC-Nanoteilchen in einer Menge zwi-
schen 0,1 und < 5 Mol-%, bevorzugt im Bereich 0,3
und 2,5 Mol-%, bezogen auf den Aluminiumgehalt der
Mischung, gerechnet als Al_2O_3 , vorgenommen wird.

4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 3,

dadurch gekennzeichnet, dass
vor dem Gelieren Sinteradditive in Form von Kri-
stallisationskeimen, Kristallwachstumsinhibitoren
und/oder anderen modifizierenden Komponenten, die
den Sinterprozeß beeinflussen, zugesetzt werden.

5. Verfahren gemäß Anspruch 4,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
als Kristallisationskeim feinteiliges α -
Aluminiumoxid eingesetzt wird.

5

6. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 5,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Gelierung der Suspension durch pH-Wert-Erhöhung
oder Erniedrigung, Alterung, Elektrolytzugabe, Tem-
peraturerhöhung und/oder Einengen der Lösung er-
folgt.

7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 6,

15

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Trocknung des Gels in einem Temperaturbereich
zwischen 50 °C und 120 °C, die Kalzination an-
schließend zwischen 500 °C und 800 °C und die Sin-
terung in einem Temperaturbereich zwischen 1300 °C
und 1600 °C durchgeführt wird.

8. Verfahren gemäß Anspruch 7,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Sinterung in einem Temperaturbereich zwischen
1380 °C und 1500 °C vorgenommen wird.

25

9. Verfahren gemäß 7,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die Sinterung unter Inertbedingungen durchgeführt wird.

5

10. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass eine Zerkleinerung zur gewünschten Korngröße vor oder nach der Sinterung vorgenommen wird.

10

11. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn mit einer Härte > 16 GPa, einer Dichte > 95 % der Theorie und einem SiC-Anteil zwischen 0,1 und < 5 Mol-%, bezogen auf die Al_2O_3 -Matrix,

15

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die SiC-Partikel in der Al_2O_3 -Matrix sowohl inter- als auch intragranular vorliegen und das Schleifkorn im Einkornritztest einen Leistungsfaktor $\text{LF}_{25} > 75$ % aufweist.

12. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß Anspruch 11,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass der SiC-Anteil bevorzugt zwischen 0,3 und $< 2,5$ Mol-%, bezogen auf die Al_2O_3 -Matrix, beträgt.

25

13. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem der Ansprüche 11 oder 12,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die SiC-Partikel überwiegend intragranular in der Al₂O₃-Matrix vorliegen.

5

14. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die Al₂O₃-Kristalle der Matrix mittlere Durchmesser zwischen 0,2 µm und 20 µm aufweisen.

15. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13,

15

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die Al₂O₃-Matrix submikron aufgebaut ist und eine mittlere Teilchengröße < 1µm, bevorzugt < 0,5 µm, aufweist.

16. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß Anspruch 15,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass in der submikronen Al₂O₃-Matrix grobe Al₂O₃-Kristalle ausgebildet sind.

25

17. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß Anspruch 16,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die groben Al₂O₃-Kristalle einen mittleren Durchmesser > 2 µm, bevorzugt > 5 µm, aufweisen.

18. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem der Ansprüche 16 oder 17,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die groben Al_2O_3 -Kristalle eine längliche Form aufweisen.

19. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 16 bis 18,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die groben Al_2O_3 -Kristalle ein Verhältnis Länge zu Breite zwischen 2:1 und 10:1, bevorzugt zwischen 4:1 und 6:1, aufweisen.

20. Verwendung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörnern gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 11 - 19 zur Herstellung von Schleifbändern und Schleifscheiben.

Zusammenfassung

Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkörner, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

5

Verfahren zur Herstellung von Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkörnern, wobei ein aluminiumoxidhaltiges Sol mit SiC-Nanopartikeln versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalziniert und gesintert wird sowie Al₂O₃/SiC-Nanokompoist-Schleifkorn.

10

15